

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 734 121**

51 Int. Cl.:

C01B 21/082 (2006.01)
B82Y 30/00 (2011.01)
H01F 1/34 (2006.01)
C10M 125/00 (2006.01)
C10M 125/08 (2006.01)
C10M 125/20 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.07.2008 E 08252587 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.06.2019 EP 2028255**

54 Título: **Proceso para obtener un compuesto intermetálico y uso del mismo en aceites lubricantes**

30 Prioridad:

02.08.2007 BR PI0703141

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

04.12.2019

73 Titular/es:

**PETRÓLEO BRASILEIRO S.A. PETROBRAS
(100.0%)
Avenida Republica do Chile 65
CEP-20035-900 Rio de Janeiro, BR**

72 Inventor/es:

**MENEZES, ALDECI DE OLIVEIRA y
ANGIOLETTO, ELÍDIO**

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

ES 2 734 121 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Proceso para obtener un compuesto intermetálico y uso del mismo en aceites lubricantes

5 Antecedentes de la invención

La presente invención se refiere a un proceso para obtener un compuesto intermetálico que tiene propiedades magnéticas, utilizado en la formulación de un lubricante acabado y que contribuye a la reducción de la fricción entre las superficies metálicas de diversos sistemas dinámicos. Más particularmente, el compuesto de la presente invención está formado por nanopartículas sustancialmente esféricas que tienen una superficie de contacto extremadamente activa capaz de formar una película lubricante sobre superficies en contacto en sistemas dinámicos.

Técnica relacionada

Los aceites lubricantes son sustancias fluidas obtenidas básicamente por destilación de petróleo crudo. Los aceites lubricantes se pueden clasificar como aceites lubricantes de base o aceites lubricantes acabados.

Los aceites lubricantes de base pueden ser de origen animal o vegetal, grupo de aceites grasos; derivados del petróleo crudo, grupo de aceites minerales; o se puede producir en laboratorio, grupo de aceites sintéticos.

Los aceites minerales poseen una composición química que comprende básicamente hidrocarburos paraafínicos y nafténicos. En algunos aceites incluso es posible encontrar trazas de hidrocarburos aromáticos, sin embargo, rara vez se encuentran trazas de hidrocarburos olefínicos. Los aceites sintéticos también pueden estar compuestos por una mezcla de dos o más compuestos orgánicos tales como, por ejemplo, polialfaolefinas, poliglicoles, ésteres, siliconas, entre otros, que caracterizan el grupo de aceites sintéticos compuestos.

Los aceites lubricantes acabados comprenden productos formulados a partir de aceites lubricantes de base. El factor característico de un lubricante acabado es la adición de un grupo de sustancias al lubricante base que permite mejorar la calidad de dicho aceite lubricante de base. Dichas sustancias son los llamados aditivos y pueden ser sólidas o líquidas.

La función del aceite lubricante es reducir la fricción y el desgaste de las superficies metálicas de los equipos, y ayudar al enfriamiento por intercambio de calor para proteger los sistemas dinámicos frente a la corrosión que se origina en los procesos oxidativos.

Cuando del aceite lubricante se aplica a una superficie metálica se forma una capa muy delgada, generalmente llamada película. Dicha película es responsable de proteger las superficies móviles de los sistemas dinámicos, actuando para reducir la fricción y el desgaste de dichas superficies. La eficacia de la protección es un factor que depende del régimen de lubricación empleado.

De acuerdo con el régimen de lubricación empleado, se puede formar una película reactiva, cuya formación se debe a la acción de los aditivos. Dicha película reactiva formada mejora aún más la eficacia del lubricante; hay un aumento de la resistencia al desgaste y de la reducción de la fricción ocasionada por el contacto entre las superficies metálicas móviles de un sistema dinámico.

Para obtener el lubricante acabado, se pueden agregar aditivos sólidos directamente al lubricante de base. Los aditivos sólidos más conocidos son: grafito, disulfuro de molibdeno (MoS_2) y politetrafluoroetileno (TEFLON), mientras que la mica y el talco también se pueden utilizar como aditivos sólidos. Estos aditivos mejoran la eficacia de la fricción entre superficies metálicas, en particular en situaciones de alta carga e impacto.

El grafito se utiliza generalmente como un lubricante excelente debido a su efecto superlubricante. Dicho hecho demuestra que mediante el uso de grafito como lubricante, la fuerza de fricción del material sobre el que se aplica el grafito prácticamente desaparece en un momento dado.

El grafito consiste en átomos de carbono dispuestos en capas superpuestas que forman una estructura cristalina ondulada. La acción lubricante del grafito se produce debido al deslizamiento de los planos basales que comprenden su estructura cristalina.

Sin embargo, la eficacia del proceso de deslizamiento se puede ver comprometido debido a la resistencia ocasionada por la coincidencia de los picos de una capa con los valles de la capa adyacente, lo que ocasiona un bloqueo perfecto entre sí de dichas capas superpuestas, haciendo imposible su deslizamiento.

Una manera de evitar la resistencia al deslizamiento de las capas es si las dos capas se podrían girar una en relación con la otra, de esta manera habrá ocasiones en que los picos de una capa toquen los picos de otra capa. Este hecho evita que las dos capas se bloqueen entre sí, de modo que la resistencia al deslizamiento prácticamente

desaparece.

La desventaja del uso de grafito como lubricante proviene del mayor beneficio del grafito que se produce en atmósferas húmedas, condición que no se espera en el caso de los medios con aceites lubricantes.

El disulfuro de molibdeno posee características apropiadas para su uso en áreas de agresión extrema tales como, por ejemplo, aguas profundas, materiales militares y aeronáuticos, industrias químicas, petroquímicas y productoras de petróleo. Este aditivo tiene una estructura cristalina formada por amplias capas planas de átomos de molibdeno colocadas entre capas de azufre. Las interacciones entre los planos azufre-azufre son débiles, lo que hace que dichas capas se deslicen fácilmente unas sobre otras.

El disulfuro de molibdeno tiene una buena adherencia a la superficie debido a la película seca que se forma sobre ella, excelente resistencia al lavado por agua, excelente protección frente a la corrosión, alta resistencia a cargas extremas continuas e intermitentes y mayor durabilidad, lo que permite una vida útil más larga para sistemas dinámicos. Estas características hacen de este tipo de aditivo un excelente lubricante, principalmente a altas temperaturas.

Sin embargo, los aspectos negativos del uso de disulfuro de molibdeno consisten en el hecho de que este aditivo se ha cotizado comercialmente a precios altos, tiene una alta densidad, además de ser una sustancia que es difícil de estabilizar en medios líquidos.

El politetrafluoroetileno, un producto fabricado por la empresa DuPont y comercializado bajo la marca TEFLON, es un material que también se utiliza habitualmente como un aditivo, cuya fuerza de cizallamiento baja da lugar a su actividad lubricante. Su utilización es limitada debido al alto coste de la aplicación del mismo, además del hecho de que solo es capaz de ser utilizado dentro de un intervalo específico de valores de temperatura y carga, lo que limita su uso.

Los aceites lubricantes acabados junto con los aditivos añadidos a un aceite lubricante de base para un mejor rendimiento de los mismos son temas ampliamente discutidos en la bibliografía.

El documento de patente de Estados Unidos US 2006094605 describe un proceso de obtención de un compuesto de molibdeno con azufre y el uso de dicho compuesto como aditivo para lubricantes para reducir el coeficiente de fricción. En el proceso que se describe en el documento US 2006094605, las nanopartículas de tiomolibdeno se producen haciendo reaccionar sales de ácido en presencia de dos sustancias modificadoras. Dicho proceso comprende un tratamiento térmico homogeneizado del disolvente polar de la mezcla de sal de molibdeno y una de dichas sustancias modificadoras. La mezcla producida se enfría y a continuación se añade la segunda sustancia modificadora.

Otra tecnología relacionada con los lubricantes se describe en el documento de patente WO 0127226. Describe un aceite lubricante de base para metales que comprende de un 0,1 a un 5 % en peso de partículas ferromagnéticas o ferrimagnéticas para ser utilizadas posteriormente con un volumen de cristalización promedio ponderado que varía de 2 a 80 nm. El tamaño de las nanopartículas formadas determina un área de superficie de contacto reducida, lo que limita la eficacia de un aceite lubricante de ese tipo.

También comprendiendo el estado de la técnica, el documento de patente de Estados Unidos US 2005124504 describe una composición lubricante que comprende un nanomaterial y un agente tensioactivo para promover la estabilización del nanomaterial. El nanomaterial utilizado en la composición lubricante que se describe en dicho documento de Estados Unidos es el grafito. El grafito tiene una alta conductividad térmica, superior a 80 W/m. Dicha composición lubricante es un fluido que tiene propiedades únicas, alta conductividad térmica, alto índice de viscosidad y pequeñas partículas en suspensión.

Los principales sectores de aplicación del aceite lubricante o las composiciones lubricantes son los sectores automotriz, industrial, marítimo y ferroviario.

Por lo tanto, en la bibliografía aún no se ha encontrado ninguna descripción de una composición de aceite lubricante terminada que tenga un aditivo que proporcione propiedades fisicoquímicas eficaces que hagan posible el alto rendimiento de dicha composición de aceite lubricante en la reducción eficaz de la fricción y el desgaste de las superficies metálicas de los sistemas dinámicos cuando están en movimiento.

El documento EP-A-1 930 399, que se publicó después de la fecha de presentación de la presente solicitud, describe un compuesto magnético intermetálico que comprende partículas pulverizadas nanométricas de nitrato de hierro magnetizado y nitrato de carbono de hierro, que se añadirán a un aceite lubricante básico.

El Journal of Magnetism and Magnetic Materials 307 (2) 2006 páginas 198-204 describe la síntesis del fluido magnético ϵ -Fe₃N de magnetización de alta saturación estable por reacción de Fe(CO)₅ y NH₃.

El documento WO 02/066374 describe reacciones térmicas llevadas a cabo a temperaturas transitorias rápidas, y un horno capaz de llevar a cabo reacciones de ese tipo.

5 El documento GB 1 499 711 se refiere a métodos para nitruración de un artículo de metal ferroso que comprende someter el artículo a una atmósfera de nitruración y una atmósfera de nitro-carburación.

El documento JP 55 040843 se refiere a un proceso en el que un anillo de acero carburado se somete a nitruración de gas suave continua y carburación de gas.

10 El documento GB 1 135 812 describe un proceso para la producción de nitruro de hierro a partir de "grumos porosos" de óxido de hierro, para uso en la producción de acero enriquecido con nitrógeno.

Sumario de la invención

15 La presente invención comprende un proceso de obtención de un compuesto intermetálico que tiene propiedades magnéticas. Dicho compuesto intermetálico es un aditivo para adición a un aceite lubricante de base, que confiere un alto rendimiento a dicho aceite. La eficacia del aditivo consiste en la reducción de la fricción entre las superficies metálicas y la reducción del desgaste de diversos tipos de sistemas dinámicos que prolongan su vida útil. Más particularmente, el compuesto intermetálico producido por la presente invención está formado por partículas sustancialmente esféricas nanométricas pulverizadas que tienen una alta área de contacto, por lo que son muy activas. La mayor área de superficie de contacto de las sustancias que forman parte del lubricante confiere a dicho lubricante la capacidad de acelerar el proceso de formación de una película de lubricante. El lubricante formulado con este tipo de compuesto aditivo es capaz de formar una capa delgada, es decir, una película adherente, cuando se aplica a una superficie metálica, confiriéndole protección frente a la fricción y frente a el desgaste.

25 De forma específica, la presente invención proporciona un proceso para obtener un compuesto intermetálico para la reducción de la fricción en superficies metálicas que comprende producir un aditivo que comprende partículas sustancialmente esféricas nanométricas pulverizadas de nitruros y carbonitruros de hierro, que tienen estructura cristalina hexagonal, para adición a un aceite lubricante de base, proceso que comprende una primera etapa que consiste en una reacción de reducción de óxido de hierro en presencia de hidrógeno y una segunda etapa que consiste en una reacción de nitruración/carbonitruración, en la que las partículas obtenidas tienen un diámetro de hasta 500 nm.

Breve descripción de las figuras

35 La Figura 1 muestra un dibujo esquemático del contacto entre las cuatro esferas durante el ensayo de deslizamiento.

La Figura 2 muestra gráficos de carga frente a rotación obtenidos durante la ejecución de los ciclos de carga.

40 La Figura 3 muestra el resultado del ensayo de desgaste tribológico en los aceites lubricantes sometidos a ensayo.

Descripción detallada de la invención

45 La presente invención se refiere a un proceso la obtención de un compuesto intermetálico que tiene propiedades magnéticas. Dicho compuesto actúa como un aditivo sólido y se puede añadir a un aceite lubricante de base, creando un aceite lubricante acabado. Un compuesto intermetálico de ese tipo es capaz de conferir un rendimiento elevado en el aceite lubricante acabado.

50 Las propiedades fisicoquímicas de un compuesto intermetálico de ese tipo confieren al lubricante acabado un rendimiento eficiente en la reducción de la fricción entre las superficies metálicas y en la reducción del desgaste en diversos tipos de sistemas dinámicos que prolongan la vida útil de los equipos que constituyen dichos sistemas.

55 El compuesto intermetálico que se describe en el presente documento contiene dentro de su estructura molecular especies del tipo nitruro y carbonitruro de hierro. La estructura cristalina del mismo es hexagonal, similar a la estructura cristalina de grafito y de MoS₂. Un compuesto de ese tipo se produce en forma pulverizada y sus partículas son sustancialmente esféricas y nanométricas.

60 Entre las fases cristalinas que constituyen nitruros y carbonitruros, la fase ϵ es la fase cristalina que más contribuye a la reducción de la fricción y del desgaste de las superficies metálicas de los sistemas dinámicos. Otra característica relacionada con dichas fases, que confiere eficacia a los nitruros y carbonitruros, es la excelente resistencia a la corrosión que presenta esta fase.

65 La eficacia del compuesto intermetálico obtenido por el proceso de la presente invención también está relacionada con las propiedades magnéticas de dicho compuesto. La propiedad ferromagnética intrínseca del compuesto

intermetálico otorga al aceite lubricante la capacidad de formar una película adherente delgada cuando se aplica sobre una superficie metálica, lo que confiere a dicha superficie protección contra los movimientos de fricción causados por el contacto entre los metales.

- 5 El proceso de obtención del compuesto intermetálico de la presente invención comprende una primera etapa, que consiste en una reacción de reducción, seguida de una segunda etapa, que consiste en una reacción de nitruración/carbonitruración de óxido de hierro, en el que se producirá el fenómeno de nucleación y formación de cristales de nitruro y carbonitruros de hierro.
- 10 La reacción de reducción de óxido de hierro se realiza en presencia de hidrógeno, a altas temperaturas en un reactor de cámara de rotación. Durante la realización de la reacción la temperatura del sistema de reacción se encuentra a aproximadamente 800 °C, a una tasa de referencia de 30 °C/min, preferentemente la temperatura de reacción se encuentra dentro de un intervalo de 300 - 800 °C. El periodo de realización de la reacción puede subsistir hasta aproximadamente 10 horas, preferentemente la reacción se realiza en un intervalo de 5 - 10 horas.
- 15 El uso de un reactor de cámara de rotación para una reacción de reducción de ese tipo promueve un alto rendimiento en términos de obtención del producto, no siendo este el caso cuando se lleva a cabo dicha reacción en reactores de lecho estático.
- 20 Después de completar la etapa de reducción de óxido de hierro, el sistema de reacción se somete a la segunda etapa del proceso que consiste en la reacción de nitruración/carbonitruración, proporcionando al sistema nitrógeno y carbono y la consiguiente formación de los cristales.
- 25 El nitrógeno y el carbono se suministran al sistema de reacción mediante la adición de amoníaco (NH₃) y metano (CH₄) al reactor. Esta etapa se lleva a cabo a temperaturas de aproximadamente 800 °C, preferentemente en un intervalo de 300 - 800 °C con un periodo de realización que perdura hasta aproximadamente 10 horas, preferentemente la reacción se realiza en un intervalo de 1 a 6 horas.
- 30 Después del periodo de realización de la reacción de nitración/carbonitruración, el sistema de reacción se debe enfriar; el enfriamiento del sistema de reacción se produce por debajo de una temperatura preferente de aproximadamente 25 °C. El flujo de gas se debe mantener durante el proceso de enfriamiento para evitar la degradación oxidativa del producto, es decir, del compuesto intermetálico.
- 35 Cuando se ha obtenido dicho compuesto intermetálico formado por nitruros y carbonitruros de hierro, este se somete a caracterización mediante una técnica de caracterización apropiada. En la presente realización la técnica de caracterización utilizada fue microscopía electrónica de barrido que muestra que el compuesto intermetálico obtenido está formado por partículas nanométricas pulverizadas sustancialmente esféricas que tienen un diámetro de hasta 500 nm.
- 40 Después de la obtención y caracterización de un compuesto intermetálico de ese tipo, dicho compuesto se añadió a un aceite lubricante de base para realizar a continuación la fricción tribológica y el ensayo de evaluación de desgaste, mostrando el mismo la eficacia del aditivo propuesto en el presente documento.
- 45 El procedimiento de obtención de un aceite lubricante acabado que contiene el producto intermetálico comprende la adición de dicho compuesto intermetálico a una solución formada por un aceite de base y una mezcla de agentes dispersantes preferentemente poliméricos tales como, por ejemplo, dispersantes sulfonados o dispersantes de succimida. El dispersante actúa sobre la mezcla para prevenir la precipitación de dicho compuesto intermetálico o separación del aceite.
- 50 Después de la adición de dicho compuesto intermetálico a dicha solución la mezcla se somete a homogenización mediante un proceso de agitación mecánica en un equipo adecuado tal como, por ejemplo, una mezcladora de tipo Turrax. Con este tipo de agitación las partículas experimentan una fuerte colisión. Una colisión de ese tipo promoverá una cavitación controlada de modo que el tamaño de las partículas que reduce y se dispersan y se distribuyen mejor en la solución. La agitación se produce dentro de un intervalo de rotación preferente de 5000 a 25
- 55 000 rpm durante un periodo que permanece preferentemente dentro de un intervalo de 5 a 30 minutos. De esta manera se obtuvieron diversas formulaciones del aceite lubricante acabado.
- 60 Después de obtener las formulaciones de aceite lubricante acabado de este tipo, dichos formulaciones se analizaron inicialmente con respecto a la energía descripción de las mismas y, de acuerdo con los resultados iniciales de ese tipo, una de dichas formulaciones se seleccionó para la realización del ensayo tribológico para evaluar el efecto de la adición de un compuesto de ese tipo producido para un aceite lubricante de base.
- 65 Un ensayo tribológico de ese tipo comprendió someter dicha formulación seleccionada a condiciones de desgarró mediante una técnica adecuada tal como, por ejemplo, la clínica de deslizamiento. Otros tipos de aceite lubricante también se sometieron a las mismas condiciones de ensayo. Los aceites lubricantes usados en dicho ensayo tribológico fueron: un aceite de base, la formulación de aceite lubricante acabado obtenida con la presente edición,

un aceite lubricante acabado comercial y una mezcla de un aceite lubricante comercial con el compuesto metálico obtenido en la presente invención.

La técnica de deslizamiento realizada en dicho ensayo tribológico comprende la aplicación de los diversos tipos de aceites lubricantes a equipos adecuados, tales como, por ejemplo, equipos que tienen cuatro esferas que funcionan en condiciones específicas desarrolladas durante un ciclo de carga.

La Figura 1 muestra la configuración de contacto para esferas de ese tipo, es decir, las muestras de ensayo, colocadas en equipos que tienen cuatro esferas.

El equipo que tiene cuatro esferas funciona con las tres esferas inferiores fijadas a un dispositivo adecuado que también sirve como depósito para el aceite lubricante en evaluación. Dicho dispositivo puede ser, por ejemplo, un dispositivo del tipo de portamuestras.

La cuarta esfera está situada en una posición superior conectada a un mandril colocado en un eje de transmisión que realiza un movimiento de rotación en un intervalo de 150 a 1500 rpm, de acuerdo con las fases realizadas durante el ciclo de carga.

Dicho ciclo de carga aplicado durante el ensayo tribológico consta de tres fases que, combinadas con el movimiento de rotación de dicho eje impulsado, producen el desgaste de las esferas, lo que permite evaluar de ese modo el rendimiento del aceite lubricante acabado obtenido en la presente invención bajo diferentes formas de lubricación.

La temperatura del ciclo de carga se controla de manera que la formulación no experimente cambios con respecto a su grado de viscosidad. El control de temperatura mantiene el funcionamiento del ciclo de carga a aproximadamente 90 °C. El periodo de cada ciclo de carga realizado en el ensayo de deslizamiento es de aproximadamente 60 minutos.

Durante la realización de cada ciclo de carga el sistema de adquisición de datos del equipo genera archivos electrónicos, lo que permite la monitorización del torque de fricción y la cuantificación de la energía de fricción a la que están sometidas dichas esferas.

Al finalizar un ciclo de carga de ese tipo se evalúan las esferas inferiores. Dicha evaluación consiste en un valor promedio obtenido a partir de los valores de medición del desgaste en tales tres esferas. Dicho valor promedio es el resultado final el ensayo tribológico de los diferentes tipos de aceite lubricante sometidos a ensayo.

Con el fin de la presente invención que se entienda mejor, la invención se detallará en lo sucesivo en el presente documento en forma de ejemplos. Sin embargo, los ejemplos que se describen en el presente documento son de naturaleza puramente ilustrativa y no son limitantes de la invención.

Ejemplo 1: Obtención del compuesto intermetálico

En un reactor provisto de una cámara giratoria se añadieron aproximadamente 100 g de óxido de hierro en forma de polvo en una atmósfera de hidrógeno. El tamaño promedio de las partículas de óxido de hierro añadidas a dicho reactor varió de 1 a 15 µm. La reacción se procesó a una temperatura precedente de aproximadamente 700 °C durante un periodo preferente de 7 horas.

Después de completar el periodo de realización de la reacción de reducción, el sistema de reacción se sometió a reacción de nitruración/carbonitruración mediante la adición de un flujo que comprendía NH₃ más hasta un 20 % en volumen de CH₄.

Después de la adición de NH₃ y CH₄, dicha reacción de nitruración/carbonitruración se procesó a una temperatura preferente de aproximadamente 570 °C durante un periodo preferente de aproximadamente 5 horas.

Después de completar el periodo de realización de la reacción de, el sistema de reacción se enfrió gradualmente hasta que la temperatura alcanzó la temperatura ambiente. El procedimiento de enfriamiento del sistema de reacción se produjo bajo una atmósfera inerte para evitar la reoxidación del hierro. Los cristales de nitruros y carbonitruros de hierro comprenden el aditivo sólido, es decir, el compuesto intermetálico objeto de la presente invención.

Habiendo obtenido dicho compuesto intermetálico formado de nitruros y carbonitruros de hierro, el compuesto se sometió a caracterización mediante una técnica de caracterización apropiada. En la presente realización, la técnica de caracterización utilizada fue la microscopía electrónica de barrido, que muestra que el compuesto intermetálico obtenido está formado por partículas nanométricas pulverizadas sustancialmente esféricas que tienen un diámetro preferencial en una banda de 300 a 500 nm.

Ejemplo 2: Obtención del aceite lubricante acabado que contiene el compuesto intermetálico de nitruro y carbonitruro de hierro que se produce en el presente documento.

Aproximadamente un 10 % del compuesto intermetálico obtenido de acuerdo con el procedimiento que se describe en el Ejemplo 1 se añadió a una solución que comprende un aceite de base, en diferentes concentraciones, y una mezcla de agentes dispersantes, preferentemente polímeros tales como, por ejemplo, acetato de etileno y vinilo (EVA) y estireno-butadieno (SBR) para evitar la precipitación o separación del aceite. La mezcla de agentes dispersantes poliméricos comprendía aproximadamente un 20 % de (EVA) y un 20 % de (SBR). La concentración de dicho compuesto intermetálico en las diversas formulaciones obtenidas varió de cero a un 0,5 %.

Después de la adición de un compuesto intermetálico de ese tipo a dicha solución, la mezcla se sometió a una homogeneización en una mezcladora de tipo Turrax a una velocidad de rotación preferente de 15 000 rpm durante un periodo preferente de 20 minutos.

Al finalizar el periodo de homogeneización de las mezclas de este tipo se obtuvieron diversas formulaciones de aceite lubricante acabado. Dichas formulaciones se analizaron inicialmente con respecto a su energía de fricción y, de acuerdo con dichos resultados iniciales se seleccionó una de dichas formulaciones para la realización del ensayo tribológico para evaluar el efecto de la adición de dicho aditivo nuevo producido a un aceite lubricante de base.

Entre las formulaciones de ese tipo tan diversas, la formulación que contiene el compuesto intermetálico a una concentración de un 0,1 % en peso fue la que produjo el mejor resultado en términos de pérdida de potencia, y por lo tanto se seleccionó para la realización del ensayo tribológico.

Ejemplo 3: Ensayo tribológico en el aceite lubricante acabado.

Dicho ensayo tribológico consistió en el análisis comparativo de diversos tipos de aceite lubricante. El análisis comparativo se llevó a cabo en un aceite de base, la formulación del aceite lubricante acabado obtenido de acuerdo con el procedimiento que se describe en el Ejemplo 2, un aceite comercial acabado y una mezcla de un aceite comercial acabado con el compuesto intermetálico obtenido mediante el procedimiento que se describe en el Ejemplo 1.

Dicha mezcla de aceite acabado comercial con el compuesto intermetálico que se desvela en el presente documento se obtuvo de manera similar a la de la obtención de la mezcla de aceite de base con el compuesto intermetálico. Las sustancias dispersantes y el compuesto intermetálico se añadieron al aceite comercial acabado, y posteriormente se homogeneizaron de manera análoga a la mezcla de aceite de base con dicho compuesto.

Los diferentes tipos de aceites lubricantes se sometieron a condiciones de desgaste mediante una técnica apropiada tal como, por ejemplo, la técnica de deslizamiento. Un ensayo tribológico de ese tipo se realizó por duplicado en todos los tipos de aceite lubricante analizado.

Los diferentes tipos de aceite se aplicaron por separado a equipos que tiene cuatro esferas que realizan un movimiento de rotación en un intervalo de 150 a 15 000 rpm, de acuerdo con las fases llevadas a cabo durante el ciclo de carga. Los aceites lubricantes analizados se sometieron a un único ciclo de carga.

El ciclo de carga aplicado durante la prueba tribológica consta de tres fases que, combinadas con dicho movimiento de rotación del eje motor, causan el desgaste de dichas esferas y, en consecuencia, la evaluación del rendimiento de un aceite lubricante bajo diferentes formas de lubricación. La duración del ciclo de carga aplicado a los aceites lubricantes analizados es de aproximadamente 60 minutos y la temperatura del baño de aceite se controla a un valor de aproximadamente 90 °C.

La primera fase de dicho ciclo se produce durante un periodo de aproximadamente 30 minutos. Dicha primera fase de dicho ciclo de carga funciona bajo un régimen de lubricación hidrodinámica que tiene un movimiento de rotación preferente de 1500 rpm y un torque de aproximadamente 98 N.

La segunda fase de dicho ciclo de carga se produce durante un periodo de aproximadamente 15 minutos. Dicha segunda fase de dicho ciclo de carga funciona bajo un régimen de lubricación mixta, es decir, la película de lubricante puede no permitir el contacto entre las superficies metálicas o permitir esporádicamente el contacto entre las superficies metálicas. Dicha segunda fase de dicho ciclo de carga funciona con un movimiento de rotación preferente de 1500 rpm y un torque de aproximadamente 1471 N.

Las condiciones de la tercera fase de dicho ciclo de carga son similares a las de la primera fase, sin embargo, la única diferencia entre dichas dos fases se relaciona con el nivel de torque aplicado. En la tercera fase del ciclo de carga, el torque aplicado es de 147 N y la duración de dicho ciclo es de aproximadamente 15 minutos.

Durante la realización de cada ciclo de carga, el sistema de adquisición de datos del equipo genera archivos electrónicos para permitir la monitorización del torque de fricción y la cuantificación de la energía de fricción a la que

se sometieron dichas esferas. Dicha monitorización y cuantificación se realizaron mediante una hoja de cálculo producida en un programa operativo tal como, por ejemplo, Excel. El gráfico generado para una monitorización y cuantificación de ese tipo se muestra en la Figura 2.

5 Al finalizar cada ciclo de carga, se evaluaron las esferas inferiores, que se desgastan debido al contacto con la esfera superior.

10 La evaluación de dichas esferas se llevó a cabo observando la presencia de la marca de desgaste en la superficie externa de las esferas. Dichas marcas se llaman cicatrices de desgaste. Las cicatrices de desgaste de cada esfera se midieron utilizando un microscopio óptico y el promedio de dichas mediciones realizadas en las tres esferas produjo el resultado final de la prueba tribológica en los aceites lubricantes sometidos a ensayo, como se muestra en la Figura 3.

15 La invención que se describe en el presente documento no se limita a esta realización y los que tengan experiencia en la materia percibirán que cualquier característica particular introducida en la misma se entenderá únicamente como algo que se describe para facilitar la comprensión y que no se puede realizar sin apartarse del concepto inventivo que se describe. Las características que limitan el objeto de la presente invención se enumeran en las reivindicaciones que forman parte de la presente memoria descriptiva.

20 La invención también proporciona un proceso para obtener un compuesto intermetálico para la reducción de la fricción en superficies metálicas caracterizado por que el producto final es un aditivo formado por partículas sustancialmente esféricas nanométricas pulverizadas de nitruros y carbonitruros de hierro, que tienen estructura cristalina hexagonal, para adición a un aceite lubricante de base para proporcionar un rendimiento eficaz en la reducción de la fricción entre superficies metálicas y la reducción del desgaste de diversos tipos de equipo,
25 prolongando el periodo de vida útil de los mismos.

30 Las partículas de aditivo forman preferentemente una superficie extremadamente activa y son preferentemente estables a altas temperaturas y preferentemente forman una película delgada y adherente cuando se aplican a una superficie metálica.

El proceso consiste preferentemente en una reacción de reducción y en la formulación del producto.

El proceso se puede producir a una temperatura de aproximadamente 800 °C.

35 El proceso se puede caracterizar por la eliminación de oxígeno por adición de amoníaco y metano al reactor, opcionalmente a una temperatura de aproximadamente 800 °C.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Proceso para obtener un compuesto intermetálico para la reducción de la fricción en superficies metálicas que comprende producir un aditivo que comprende partículas sustancialmente esféricas nanométricas pulverizadas de nitruros y carbonitruros de hierro, que tienen estructura cristalina hexagonal, para su adición a un aceite lubricante de base, proceso que comprende una primera etapa que consiste en una reacción de reducción de óxido de hierro en presencia de hidrógeno y una segunda etapa que consiste en una reacción de nitruración/carbonitruración, en la que las partículas obtenidas tienen un diámetro de hasta 500 nm.
- 10 2. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1 **caracterizado por que** la reacción de reducción se produce a temperaturas de 300 - 800 °C y en un reactor de cámara de rotación durante un periodo de hasta 10 horas, preferentemente en un periodo de 5 - 10 horas.
- 15 3. Proceso de acuerdo con la reivindicación 2 **caracterizado por que** dicha reacción de reducción se produce a una temperatura de aproximadamente 700 °C en un periodo de aproximadamente 7 horas.
- 20 4. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 **caracterizado por que** la segunda etapa se produce mediante adición de amoníaco y metano a una temperatura de 300 - 800 °C, durante un periodo de hasta 10 horas, preferentemente en un periodo de 1 - 6 horas.
5. Proceso de acuerdo con la reivindicación 4 **caracterizado por que** la segunda etapa se produce a una temperatura de 570 °C en un periodo de realización de 5 horas.
- 25 6. Proceso de acuerdo con cualquier reivindicación precedente **caracterizado por que** el sistema de reacción se enfría a una temperatura de aproximadamente 25 °C y un flujo de gas hidrógeno se mantiene sustancialmente constante.

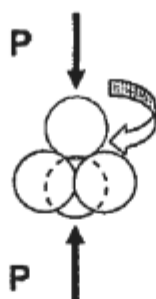


FIG. 1

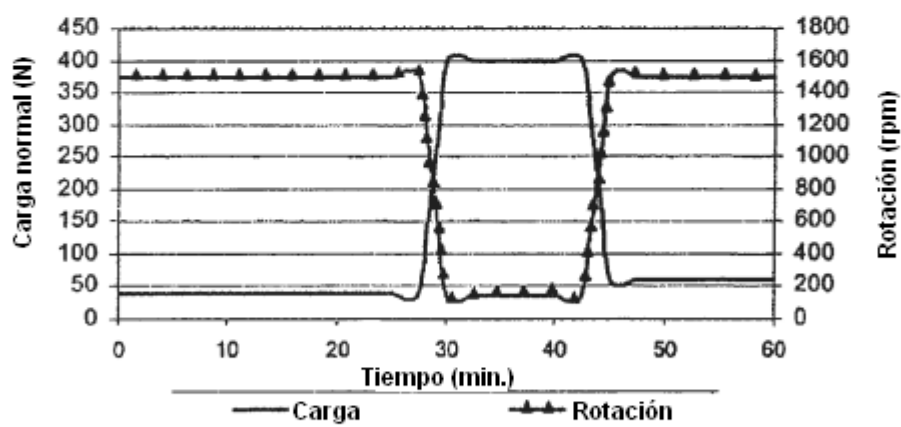


FIG. 2

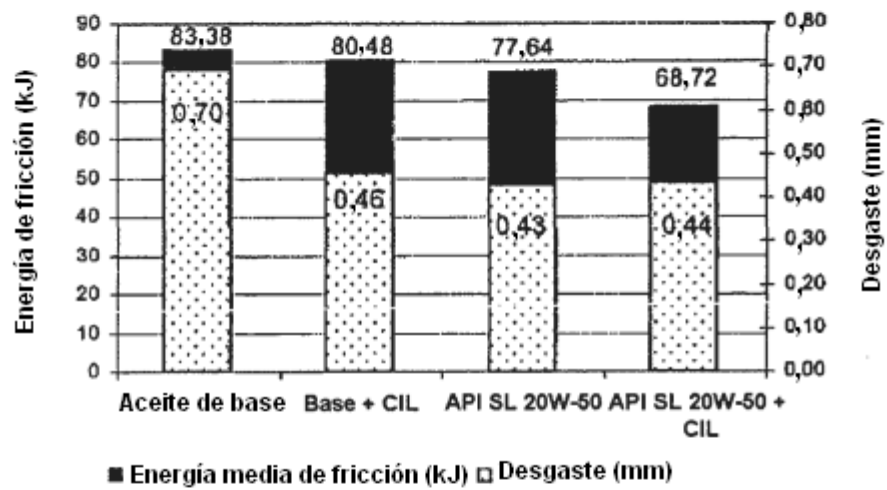


FIG. 3